



- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The nature filter of the honeycomb mold ceramics which is a nature filter of the honeycomb mold ceramics, and is characterized by the average pore diameter X of said filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) satisfying the following relation.

10 >= W/X [claim 2] The nature filter of the honeycomb mold ceramics according to claim 1 with which the average pore diameter X of said filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) are satisfied of the following relation.

7 >= W/X>=3 -- [Claim 3] The nature filter of the honeycomb mold ceramics according to claim 1 with which the average pore diameter X of said filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) are satisfied of the following relation.

5>=W/X>=3 -- [Claim 4] The nature filter of the honeycomb mold ceramics given in any 1 term of claims 1-3 whose porosity is 55 - 75%.

[Claim 5] The nature filter of the honeycomb mold ceramics given in any 1 term of claims 1-4 to which the ceramics uses cordierite and/or silicon carbide as a principal component.

[Claim 6] The nature filter of the honeycomb mold ceramics given in any 1 term of claims 1-5 whose coefficients of thermal expansion in 40-800 degrees C are less than [1.0x10-6/degree C].

[Claim 7] The nature filter of the honeycomb mold ceramics given in any 1 term of claims 1-6 whose septum thickness W is 350 micrometers or less.

[Claim 8] The nature filter of the honeycomb mold ceramics given in any 1 term of claims 1-7 whose cel consistencies are two or more 250 cels / in.

[Translation done.]



(11)Publication number:

2002-301323

(43)Date of publication of application: 15.10.2002

(51)Int.CI.

B01D 39/20 B01D 46/00 CO4B 35/195 CO4B 35/565 F01N 3/02

(21)Application number : 2001-106395

04.04.2001

(71)Applicant: NGK INSULATORS LTD

(72)Inventor: NOGUCHI YASUSHI

NISHI HIDEAKI

SUENOBU HIROYUKI

(54) HONEYCOMB TYPE CERAMIC FILTER

(57)Abstract:

(22)Date of filing:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a honeycomb type ceramic filter in which pressure loss does not become larger than a prescribed value even if the filter is used over a long period while maintaining a prescribed collection efficiency.

SOLUTION: In the honeycomb type ceramic filter, an average pore diameter X (µm) of the filter and a thickness W (µm) of a partition wall satisfy a relation of 10≥W/X.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.01.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[Field of the Invention] This invention relates to the nature filter of the honeycomb mold ceramics which has a honeycomb configuration. It is related with the nature filter of the honeycomb mold ceramics with which it was made for pressure loss not to become larger than predetermined even if it used it for a long period of time in more detail by extracting from pore the ash content generated by oil combustion of a diesel power plant, even if it makes some collection efficiency, such as a particle (particulate), into a sacrifice. [0002]

[Description of the Prior Art] Two or more through tubes which carry out opening to an emission close side edge side and an exhaust gas discharge side edge side in recent years as equipment from which the particle in exhaust gas is removed It has the structure which ******(ed) alternately in respect of both ends, the septum between each through tube (it has two or more pores) is compulsorily passed for the exhaust gas which flowed from the emission close side edge side, and uptake and the nature filter of the honeycomb mold ceramics of the porosity to remove are used in the particle in exhaust gas.

[0003] With this nature filter of the ceramics, in view of engine performance, such as collection efficiency and pressure loss, differing by into how much the pore diameter of the pore formed in the septum between each through tube is made by relation with the particle size of the particle in exhaust gas, development has been furthered in order to obtain what has the high collection efficiency of particles (soot etc.) from the former as a nature filter of the ceramics.

[0004] However, since the filter which made collection efficiency high had the small pore diameter of a filter, the ash content generated by oil combustion of a diesel power plant accumulated it into the pore of a filter, and it had the problem that pressure loss will become higher than predetermined, by prolonged use. Moreover, in the case of the filter with a small pore diameter, on the occasion of particle uptake (soot etc.), pressure loss was high and the reduction was desired.

[Problem(s) to be Solved by the Invention] By the way, particles, such as soot generated from an engine, are carrying out considerable-amount reduction by amelioration of a diesel power plant in recent years compared with before. Then, a header and this invention are reached [that it is important for it not to be necessary to attain collection efficiency extremely high when this invention person inquires wholeheartedly, in order to clear the regulation value of a future exhaust fume standard, and to enlarge a pore diameter at extent through which exhaust gas can pass from a septum in order to prevent the rise of the pressure loss which originates in are recording into the pore of ash content conversely, and].

[0006] Therefore, the purpose of this invention is by extracting from pore the ash content generated by oil combustion of a diesel power plant to offer the nature filter of the honeycomb mold ceramics with which it was made for pressure loss not to become larger than predetermined even if it used it for a long period of time, maintaining predetermined collection efficiency.

[0007]

[Means for Solving the Problem] That is, according to this invention, it is a nature filter of the honeycomb mold ceramics, and nature filter of honeycomb mold ceramics ** characterized by the average pore diameter X of said filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) satisfying the following relation is offered.

10 >= W/X [0008] In the nature filter of the ceramics of this invention, it is desirable to satisfy the relation in which the average pore diameter X of said filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) are set to 7 >= W/X>=3, and it is more desirable that the average pore diameter X of said filter (micrometer) and



the septum thickness W (micrometer) satisfy the relation of $5 \ge W/X \ge 3$.

[0009] Moreover, it is desirable that the porosity is 55 - 75% with the nature filter of the ceramics of this invention, and what uses cordierite and/or silicon carbide as a principal component is desirable as ceramics. Furthermore, in the nature filter of the ceramics of this invention, it is desirable that the coefficient of thermal expansion in 40-800 degrees C is less than [1.0x10-6/degree C]. The septum thickness W is 350 micrometers or less, and, as for the filter of this invention, it is desirable that a cel consistency has a two or more in [250 cels / in] honeycomb configuration. [0010]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, although the operation gestalt of this invention is explained concretely, this invention is not limited to these operation gestalten. This invention is the nature filter of the ceramics of the honeycomb mold which controlled and constituted a pore diameter and septum thickness, as the average pore diameter X of a filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) satisfy relation called 10 >=W/X.

[0011] As described above, this invention person found out that it was important for extent through which exhaust gas can pass from a septum to enlarge a pore diameter, in order to prevent the rise of the pressure loss resulting from are recording into the pore of ash content. If said concretely, when this invention person will consider the relation between a pore diameter and septum thickness wholeheartedly, by making a pore diameter larger than predetermined to the septum thickness of a honeycomb structure object Although some collection efficiency of particles, such as soot, becomes low, the pressure loss when carrying out uptake of the particle can be reduced. And the ash content accumulated into the pore currently formed in the interior of a septum can be extracted from the pore concerned. Consequently, even if it used it for a long period of time, pressure loss did not become larger than predetermined, but it found out that the nature filter of the ceramics of the honeycomb mold which is stabilized for a long period of time, and can function could be obtained.

[0012] In this invention, when related W/X of the average pore diameter X of a filter (micrometer) and the septum thickness W (micrometer) is larger than 10, the ash content which exhaust gas stopped being able to pass through a septum easily, and accumulated into pore cannot be extracted from the pore concerned. In order that it may attain the above-mentioned pore in this invention that the average pore diameter X (micrometer) and the relation to $7 \ge W/X \ge 3$ of the septum thickness W (micrometer) become, it is desirable, and it is more desirable that it is $5 \ge W/X \ge 3$.

[0013] Moreover, in the nature filter of the honeycomb mold ceramics of this invention, when attaining the purpose of above-mentioned this invention, it is still more desirable that the average pore diameter X is usually 20-70 micrometers, and it is 30-70 micrometers, and about the septum thickness W, 350 micrometers or less are desirable and it is more desirable that it is the range which is 200-300 micrometers. [0014] Although it is not limited, but any class can be used especially as a principal component of the nature filter of the ceramics of this invention if it is the quality of the ceramics, it is desirable to use cordierite and/or silicon carbide as a principal component. As cordierite, any, such as orientation, non-orientation, alpha crystalline substance, and beta crystalline substance, are sufficient. As silicon carbide, any, such as alpha crystalline substance and beta crystalline substance, are sufficient.

[0015] Moreover, other components, such as a mullite, zircon, aluminum titanate, clay bond silicon carbide, a zirconia, a spinel, an indialite, Safi Lynn, corundum, and a titania, may be contained.

[0016] As for the honeycomb filter of this invention, it is desirable that reduction-izing of pressure loss and the point of collection efficiency to porosity is 55 - 75%, and it is still more desirable that it is 60 - 70%. It is desirable that the coefficient of thermal expansion in 40-800 degrees C is less than [1.0x10-6/degree C] in respect of improvement in the thermal shock resistance at the time of elevated-temperature use, and it is still more desirable that it is less than [0.8x10-6/degree C].

[0017] Moreover, although the nature filter of the ceramics of this invention is a honeycomb mold which has the structure which usually ******(ed) alternately two or more through tubes which carry out opening to an emission close side edge side and an exhaust gas discharge side edge side in respect of both ends There may not be especially a limit about the configuration of a honeycomb mold filter, for example, any, such as a configuration where the side face of the cylinder of a perfect circle or an ellipse, the prisms whose configurations of an end face are the polygons of a trigonum, a rectangular head, etc., these cylinders, and a prism curved into the character of **, are sufficient as the configuration of an end face. Moreover, there may not be especially a limit about the configuration of a through tube, either, for example, any, such as polygons, such as a rectangular head and eight angles, a perfect circle, and an ellipse, are sufficient as a cross-section configuration. As a cel consistency of a filter, from the point of the uptake engine performance





of exhaust gas, two or more 250 cels / in are desirable, and the range of 300 - 400 cel / in2 is still more desirable.

[0018] The nature filter of the honeycomb mold ceramics of this invention can be manufactured by the approach described below. First, when using a cordierite-ized raw material as a start raw material of a filter, this cordierite-ized raw material needs to blend source components of an alumina (aluminum 2O3), such as source components of a magnesia (MgO), such as a source component of a silica (SiO2) and a kaolin, and talc, an aluminum oxide, and an aluminum hydroxide, etc. in order to blend each component so that it may become the theoretical presentation of a cordierite crystal.

[0019] What contains both any one sort or these of an aluminum oxide or an aluminum hydroxide in that there are few impurities as a source component of an alumina (aluminum 2O3) is desirable, and what contains an aluminum hydroxide especially is desirable.

[0020] Moreover, as for the source raw material of an alumina (aluminum 203), it is desirable among a cordierite-ized raw material to do 15-45 mass % content of an aluminum hydroxide, and, as for an aluminum oxide, it is desirable to do 0-20 mass % content of.

[0021] As a source component of a magnesia (MgO), for example, talc, a magnesite, etc. can be mentioned and talc is desirable especially. As for talc, it is desirable to do 37in cordierite-ized raw material -40 mass % content of, the particle size of talc has desirable 5-40 micrometers from the point which makes a coefficient of thermal expansion low, and its 10-30 micrometers are more desirable.

[0022] Moreover, source components of a magnesia (MgO), such as talc used for this invention, may contain Fe2O3, CaO, Na2O, K2O, etc. as an impurity. However, as for the content of Fe 2O3, it is desirable among the source component of a magnesia (MgO) to consider as 0.1 to 2.5 mass %. High porosity can be obtained while being able to ** a coefficient of thermal expansion low, if it is the content of this range. [0023] Moreover, as for the content of CaO, Na2O, and K2O, it is desirable to carry out from the point of making a coefficient of thermal expansion low, to below 0.35 mass % in these sum totals among the source component of a magnesia (MgO).

[0024] In addition, in this invention, silicon carbide can also be used as a principal component as a start raw material of a filter. as when using silicon carbide as a principal component -- silicon carbide (SiC) -- or the both sides in the case of using silicon carbide (SiC) and metal silicon (Si) as a principal component are included.

[0025] It can face manufacturing the filter of this invention, various additives can be blended with a cordierite-ized raw material and/or the start raw material which uses silicon carbide as a principal component if needed, and the ostomy material for forming the dispersant for promoting the distribution to foaming resin, a binder, and a medium and pore as an additive, for example etc. can be mentioned. [0026] As foaming resin, an acrylic microcapsule etc. can be mentioned and the hydroxypropyl methylcellulose, methyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, carboxyl methyl cellulose, polyvinyl alcohol, etc. can be mentioned as a binder, for example. Moreover, as a dispersant, ethylene glycol, a dextrin, fatty-acid soap, polyalcohol, etc. can be mentioned, for example. Moreover, as an ostomy agent, graphite, wheat flour, starch, phenol resin, a polymethyl methacrylate, polyethylene, polyethylene terephthalate, etc. can be mentioned, for example. these additives are independent one sort according to the purpose -- or two or more sorts can be combined and it can use.

[0027] In this invention, the nature filter of the honeycomb mold ceramics can be manufactured by the production process shown below using the above-mentioned start raw material.

[0028] First, to the start raw material 100 weight section mentioned above, it kneads and plasticity takes after supplying a binder 3 - 5 weight sections, the ostomy agent 3 - 40 weight sections, a dispersant 0.5 - 2 weight sections, and water 10 - 40 weight sections.

[0029] Subsequently, as for shaping of a plasticity raw material, it is desirable to carry out by the extrusion-molding method at the point which can perform an extrusion-molding method, an injection-molding method, a press-forming method, and a ceramic raw material by the approach of forming the through tube after shaping in the shape of a cylinder etc., is made to carry out orientation of the cordierite crystal for example while continuous molding is easy especially, and is made to low-fever expansibility.

[0030] Subsequently, hot air drying, microwave desiccation, dielectric drying, reduced pressure drying, a vacuum drying, freeze drying, etc. can perform desiccation of a generation form, and it is desirable quick and to perform the whole at the desiccation process which is the point which can be dried to homogeneity and combined hot air drying, microwave desiccation, or dielectric drying especially.

[0031] Although baking of a desiccation Plastic solid is finally based also on the magnitude of a desiccation Plastic solid, it is usually desirable in the case of a cordierite-ized raw material, to be 1410-1440 degrees C





in temperature under an atmospheric-air ambient atmosphere, and to calcinate for 3 to 7 hours. Moreover, in the case of the raw material which uses silicon carbide as a principal component, in order to prevent oxidation of SiC, it calcinates under non-oxidizing atmospheres, such as N2 and Ar. As a burning temperature, when combining SiC with silicon nitride etc., it is the temperature which silicon nitride powder softens, and it is desirable to calcinate at the temperature of 1550-2000 degrees C. To combine SiC particles by the recrystallizing method, it is required to calcinate at the temperature of at least 1800 degrees C or more. Furthermore, when using SiC and Si as a principal component, it is desirable under non-oxidizing atmospheres, such as N2 and Ar, to calcinate at the temperature of 1400-1800 degrees C. In addition, a desiccation process and a baking process may be performed continuously.

[Example] Hereafter, although an example explains this invention concretely, this invention is not limited to these examples.

[0033] 1. The approach shown below about the nature filter of the honeycomb mold ceramics obtained in the examples 1-13 and the examples 1-5 of a comparison which carry out the evaluation approach aftermentioned estimated.

[0034] (1) The average pore diameter was measured by the mercury press fit type porosimeter by the average pore diameter microphone ROMERI tex company.

[0035] (2) True specific gravity of porosity cordierite was made into 2.52 g/cm3, and porosity was calculated from total pore volume. In SiC, true specific gravity was made into 3.05 g/cm3.

[0036] (3) It flowed into the filter which has the average pore diameter X which shows the exhaust gas made to generate soot with a collection efficiency soot generator in Table 2 by size:phi144mmx152mm (die length), the septum thickness W, porosity, a cel consistency, and a coefficient of thermal expansion for 2 minutes, uptake of the soot contained in the exhaust gas after filtering was carried out through the filter paper, and the weight (W1) of soot was measured. Moreover, uptake of the exhaust gas made to generate the same time amount and soot was carried out through the filter paper, without flowing into a filter, and the weight (W2) of soot was measured. Subsequently, it substituted for the formula showing each obtained weight (W1) (W2) below, and collection efficiency was searched for.

[Equation 1] (W2-W1) / (W2) x100[0038] (4) Soot uptake pressure-loss evaluation size: using the phi144mmx152mm (die length) nature filter of the honeycomb mold ceramics, honeycomb filter order was pressed down in the bore phi130mm ring, and measurement was performed by bore phi130mm on parenchyma. With the soot generator, the soot was generated and uptake of the 10g soot was carried out to the honeycomb filter. In the condition, the differential pressure before and behind a sink and a filter was measured for the air of 2.27Nm3/min.

[0039] (Examples 1-12) Ostomy material was mixed with the main raw material by the mean diameter and the blending ratio of coal which are shown in Table 1, and various kinds of cordierite-ized raw materials were prepared.

[0040] Subsequently, 100g of cordierite-ized raw materials of these various kinds, to each, hydroxypropyl-methylcellulose 4g, 0.5g of lauric-acid potash soap, and 30g of water were thrown in and kneaded, and it considered as plasticity, and the cylinder-like plastic matter was fabricated with the vacuum kneading machine, and this reversible raw material was fed into the extrusion-molding machine, and was fabricated in the shape of a honeycomb.

[0041] Subsequently, the bone dry of various kinds of acquired Plastic solids was carried out by hot air drying after dielectric drying, and the both-ends side was cut in the predetermined dimension.

[0042] Subsequently, the through tube ******(ed) alternately the through tube in the desiccation object of the shape of this honeycomb in respect of the both ends which carry out opening by the slurry which consists of a cordierite-ized raw material of the same presentation.

[0043] Finally, it calcinated at 1420 degrees C for 4 hours, and the size:phi144mmx152mm (die length) nature filter of the honeycomb mold ceramics of examples 1-12 and the examples 1-5 of a comparison was obtained.

[0044] (Example 13) Using the main raw material (SiC and Si) shown in Table 1, and ostomy material, it carried out by the approach as examples 1-12 that desiccation and ****** are the same, and it is an atmospheric pressure argon ambient atmosphere, and 400 degrees C of baking are an atmospheric pressure oxidizing atmosphere, and they obtained [400 degrees C or more were calcinated at 1450 degrees C of maximum temperatures for 1 hour, and] the size:phi144mmx152mm (die length) nature filter of the honeycomb mold ceramics.





[0045] Each evaluation result of examples 1-13 and the examples 1-5 of a comparison is collectively shown in Table 2.

[0046] [Table 1]

<u>بن</u>	101	\sim		_	_		_														_
₽	光浴樹脂	(寒間寒)	2 (52 µ m)	2 (52 µ m)	2 (52 µ m)	4 (35 µ m)	4 (35 μ m)	4 (35 µ m)	4 (35 µ m)	4 (64 µ m)	3 (64 µ m)	3 (64 µ m)	2 (52 µ m)	4 (35 µ m)	3 (52 µ m)	4 (35 µ m)	3 (52 µ m)	3 (52 µ m)	3 (52 µ m)	3 (52 µ m)	
造孔材	ガラファイト	(軍事名)	15 (51 µm)	15 (51 µ m)	15 (51 µ m)	20 (29 µ m)	20 (29 μ m)	20 (29 µ m)	20 (29 µ m)	20 (29 µ m)	0	0	0	20 (29 µ m)	0	20 (29 µ m)	15 (51 µ m)	15 (51 µ m)	15 (51 µ m)	15 (51 µ m)	
	酸化アルミニウム 水酸化アルミニウム (質量%) (質量%)	15 (2 μ m)	15 (2 µ m)	15 (2 μ m)	23 (3 μ m)	23 (3 μ m)	23 (3 μ m)	23 (3 µ m)	23 (1.5 µ m)	23 (1.5 µ m)	23 (1.5 µ m)	23 (2 µ m)	15 (2 µ m)		23 (3 µ m)	15 (2 µ m)	15 (2 µm)	15 (2 µ m)	15 (2 µ m)		
		(質量%)	14 (7 µ m)	14 (7 m m)	14 (7 µ m)	16 (7 m m)	16 (7 µ m)	16 (7 mm)	16 (7 μ m)	16 (5 µ m)	16 (10 µ m)	16 (10 µ m)	16 (10 µ m)	14 (7 µ m)	m):20111196	16 (7 μ m)	14 (7 µ m)	14 (7 µ m)	14 (7 µ m)	14 (7 µ m)	
主原料	治融シリカ	(質量%)	0	0	0	0	0	0	0	21 (78 µ m)	0	0	21 (54 µ m)	12 (32 µ m)	■96. Si(8 µ m):20 加重9 6	0	0	0	0	0	坐である。
	石英	(質量%)	12 (39 μ m)	12 (39 μ m)	12 (39 μ m)	21 (10 µ m)	21 (10 µ m)	21 (10 µ m)	21 (10 m)	0	21 (89 μ m)	21 (89 µ m)	0	0	SiC(35 µ m):80]	21 (10 µ m)	12 (10 µ m)	12 (10 µ m)	12 (10 µ m)	12 (10 μ m)	料の平均額
	カインン(春中年)	(質量%)	19 (10 m)	19 (10 µ m)	19 (10 m)	0	0	0	0	0	0	0	0	19 (10 µ m)	SiC(3	0	19 (10 mm) 12 (10 mm)	19 (10 µ m)	19 (10 µ m)	19 (10 mm)	の数字は、原
	タルク	(質量%)	40 (15 µm)	40 (15 µ m)	40 (15 m)	40 (15 µ m)	40 (15 µ m)	40 (15 µ m)	40 (15 µ m)	40 (7 µ m)	40 (20 m)	40 (20 H m)	40 (20 m)	40 (15 mm)		40 (15 mm)	40 (15 mm)		40 (15 mm)	40 (15 µ m)	表の活弧内の数字は、原料の平均粒径である。
	Š		東語例1	奥施例2	吳施例3	吳施例4	果販佣5	奚瓶例6	吳施例7	聚簡例8	天 医	吳施例10	吳施俩11	実施例12	聚瓶倒13	交到1	比較例2	比較例3	比较密4	比较例5	

[0047] [Table 2]

No.	隔壁厚W	セル密度	気孔率	平均氦孔径X	W/X	熱膨張係数	スート捕集圧損	捕集効率
	(µ m)	(/in²)	(%)	(µm)		(×10 ⁻⁶ /℃)	(KPa)	(%)
実施例1	300	300	59	32	9.4	0.6	9.4	86
实施例2	250	300	59	32	7.8	0.6	8.6	71
実施例3	200	300	59	32	6.3	0.6	7.3	59
实施例4	200	350	70	24	8.3	0.7	5.2	79
実施例5	150	350	70	24	6.3	0.7	4.9	58
実施例8	150	400	70	24	6.3	0.7	4.2	52
実施例7	100	400	70	24	4.2	0.7	3.5	45
実施例8	300	300	75	45	6.7	1.0	7.6	63
実施例9	300	300	61	61	4.9	1.0	9.3	48
実施例10	350	300	61	61	5.7	1.0	10.3	50
実施例11	200	300	55	45	4.4	0.5	7.9	45
実施例12	100	400	68	32	3.1	0.8	3.7	42
実施例13	300	250	58	31	9.7	4.1	7.3	89
比較例1	250	300	70	24	10.4	0.7	7.1	91
比較例2	200	300	68	15	13.3	0.8	6.8	94
上較例3	300	300	68	15	20.0	0.8	8.6	98
比較例4	400	300	68	15	26.7	0.6	10.3	97
比較例5	300	200	68	15	20.0	0.6	10.7	95

[0048]

[Effect of the Invention] As explained above, since the value which **(ed) septum thickness with the average pore diameter has collection efficiency and correlation, according to this invention, it is controlling the value which **(ed) septum thickness with the average pore diameter, and can control collection efficiency freely. Moreover, the nature filter of the honeycomb mold ceramics with which the pressure loss by are recording of ash content does not become larger than predetermined even if it uses it for a long period of time can be offered, maintaining predetermined collection efficiency according to this invention, since it is thought that the collection efficiency of a soot has the collection efficiency of ash content and correlation.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-301323 (P2002-301323A)

(43)公開日 平成14年10月15日(2002.10.15)

		(40) 2200	T T T T T T T T T T T T T T T T T T T
(51) Int.Cl.7	識別記号	FΙ	テーマコード(参考)
B01D 39/20		B 0 1 D 39/20	D 3G090
46/00	302	46/00	302 4D019
C 0 4 B 35/19	95	F 0 1 N 3/02	301B 4D058
35/56	S5	C 0 4 B 35/56	101Y 4G001
F01N 3/02	301	35/16	A 4G030
		審査請求 未請求	語 請求項の数8 OL (全 6 頁)
(21)出願番号	特顧2001-106395(P2001-106395)	(71)出願人 000004	
		1	子株式会社
(22) 出願日	平成13年4月4日(2001.4.4)		名古屋市瑞穂区須田町2番56号
		(72)発明者 野口	
			名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 株式会社内
		(72)発明者 西 英	明
			名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 株式会社内
		(74)代理人 100088	616
		弁理士	· 渡邉 一平
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ハニカム型セラミックス質フィルター

(57)【要約】

【課題】 所定の捕集効率を維持しつつ、長期間使用しても圧力損失が所定以上に大きくならないようにしたハニカム型セラミックス質フィルターを提供する。

【解决手段】 ハニカム型セラミックス質フィルターであって、このフィルターの平均気孔径 $X(\mu m)$ と隔壁厚 $W(\mu m)$ が、 $10 \ge W/X$ 、の関係を満足する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハニカム型セラミックス質フィルターで あって、

前記フィルターの平均気孔径X (μm)と隔壁厚W (μ m)が、以下の関係を満足することを特徴とするハニカ ム型セラミックス質フィルター。

10≧W/X

【請求項2】 前記フィルターの平均気孔径X(μm) と隔壁厚▼ (μm)が、以下の関係を満足する請求項1 に記載のハニカム型セラミックス質フィルター。

$7 \ge \mathbb{W} / \mathbb{X} \ge 3$

【請求項3】 前記フィルターの平均気孔径X(μm) と隔壁厚W (μm) が、以下の関係を満足する請求項1 に記載のハニカム型セラミックス質フィルター。

$5 \ge \mathbb{W} / \mathbb{X} \ge 3$

【請求項4】 気孔率が55~75%である請求項1~ 3のいずれか1項に記載のハニカム型セラミックス質フ ィルター。

【請求項5】 セラミックスが、コーディエライト及び /又は炭化ケイ素を主成分とする請求項1~4のいずれ 20 か1項に記載のハニカム型セラミックス質フィルター。 【請求項6】 40~800℃における熱膨張係数が、 0×10⁻⁶/℃以下である請求項1~5のいずれか

【請求項7】 隔壁厚Wが350μm以下である請求項 1~6のいずれか1項に記載のハニカム型セラミックス 質フィルター。

1項に記載のハニカム型セラミックス質フィルター。

【請求項8】 セル密度が250セル/in'以上であ る請求項1~7のいずれか1項に記載のハニカム型セラ ミックス質フィルター。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】 本発明は、ハニカム形状を 有するハニカム型セラミックス質フィルターに関する。 さらに詳しくは、微粒子(パティキュレート)等の捕集 効率を多少犠牲にしても、ディーゼルエンジンのオイル 燃焼により発生する灰分を気孔から抜き出すことで、長 期間使用しても圧力損失が所定以上に大きくならないよ うにしたハニカム型セラミックス質フィルターに関す る。

[0002]

【従来の技術】 近年、排ガス中の微粒子を除去する装 置として、排ガス流入側端面と排ガス排出側端面に開口 する複数の貫通孔を、両端面で互い違いに目封じした構 造を有し、排ガス流入側端面から流入した排ガスを、強 制的に各貫通孔間の隔壁(複数の細孔を有する)を通過 させ、排ガス中の微粒子を捕集、除去する多孔質のハニ カム型セラミックス質フィルターが用いられている。

【0003】 このセラミックス質フィルターでは、排

形成される細孔の気孔径をどの程度とするかにより捕集 効率、圧力損失等の性能が異なることに鑑み、従来か ら、セラミックス質フィルターとして、微粒子(煤な ど)の捕集効率の高いものを得るべく開発が進められて

【0004】 しかしながら、捕集効率を高くしたフィ ルターは、フィルターの気孔径が小さいため、ディーゼ ルエンジンのオイル燃焼により発生する灰分がフィルタ -の気孔内に蓄積し、長期間の使用により、圧力損失が 10 所定以上に高くなってしまうという問題があった。ま た、気孔径の小さいフィルターの場合、微粒子(煤な ど) 捕集に際して圧力損失が高く、その低減が望まれて いた。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】 ところで、近年のデ ィーゼルエンジンの改良により、エンジンから発生する 煤などの微粒子は、以前に比べて相当量低減している。 そこで、本発明者が鋭意検討したところ、将来の排ガス 基準の規制値をクリアするためには、極端に高い捕集効 率を達成する必要はなく、逆に、灰分の気孔内への蓄積 に起因する圧力損失の上昇を防止するためには、排ガス が隔壁から通り抜けることができる程度に気孔径を大き くすることが重要であることを見出し、本発明に到達し たものである。

【0006】 したがって、本発明の目的は、所定の捕 集効率を維持しつつ、ディーゼルエンジンのオイル燃焼 により発生する灰分を気孔から抜き出すことにより、長 期間使用しても圧力損失が所定以上に大きくならないよ うにしたハニカム型セラミックス質フィルターを提供す 30 るととにある。

[0007]

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明によれ は、ハニカム型セラミックス質フィルターであって、前 記フィルターの平均気孔径Χ(μm)と隔壁厚W(μ m)が、以下の関係を満足することを特徴とするハニカ ム型セラミックス質フィルター、が提供される。 1 0 ≧ W / X

【0008】 本発明のセラミックス質フィルターにお いては、前記フィルターの平均気孔径X(μm)と隔壁 40 厚W (μm)が、7≧W/X≥3となる関係を満足する ことが好ましく、前記フィルターの平均気孔径X(μ m)と隔壁厚W (μm)が、5≧W/X≧3の関係を満 足することがより好ましい。

【0009】 また、本発明のセラミックス質フィルタ ーでは、その気孔率が55~75%であることが好まし く、セラミックスとしては、コーディエライト及び/又 は炭化ケイ素を主成分とするものが望ましい。さらに、 本発明のセラミックス質フィルターにおいては、40~ 800℃における熱膨張係数が、1.0×10-6/℃以 ガス中の微粒子の粒径との関係で、各貫通孔間の隔壁に 50 下であることが好ましい。本発明のフィルターは、その

(2)

4

隔壁厚Wが350μm以下で、セル密度が250セル/ in'以上のハニカム形状を有することが好ましい。 . 【0010】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の実施形態を、具体的に説明するが、本発明はこれらの実施形態に限定されるものではない。本発明は、フィルターの平均気孔径 X (μm)と隔壁厚W (μm)が、10≧W/X、という関係を満足するように、気孔径と隔壁厚さを制御して構成したハニカム型のセラミックス質フィルターである。

【0011】 上記したように、本発明者は、灰分の気孔内への蓄積に起因する圧力損失の上昇を防止するために、排ガスが隔壁から通り抜けることができる程度に気孔径を大きくすることが重要であることを見出した。具体的にいえば、本発明者が、気孔径と隔壁厚さとの関係について鋭意検討したところ、ハニカム構造体の隔壁厚さに対して気孔径を所定以上に大きくすることによって、煤など微粒子の捕集効率は多少低くなるものの、微粒子を捕集する時の圧力損失を低減でき、しかも、隔壁内部に形成されている気孔内に蓄積した灰分を当該気孔 20から抜き出すことができ、その結果、長期間使用しても圧力損失が所定以上に大きくならず、長期間安定して機能できるハニカム型のセラミックス質フィルターを得ることができることを見出したのである。

[0012] 本発明において、フィルターの平均気孔径 $X(\mu m)$ と隔壁厚 $\mathbb{W}(\mu m)$ の関係 \mathbb{W}/X が10 より大きい場合には、排ガスが隔壁を通り抜けにくくなり、気孔内に蓄積した灰分を当該気孔から抜き出すことができない。本発明では、平均気孔径 $X(\mu m)$ と隔壁厚 $\mathbb{W}(\mu m)$ の関係が、 $7 \ge \mathbb{W}/X \ge 3$ となることが上 30記気孔を達成するために好ましく、 $5 \ge \mathbb{W}/X \ge 3$ であることがより好ましい。

【0013】 また、本発明のハニカム型セラミックス質フィルターにおいては、上記した本発明の目的を達成する上で、その平均気孔径Xは、通常20~70μmであり、30~70μmであることがさらに好ましく、また、隔壁厚Ψについては、350μm以下が好ましく、200~300μmの範囲であることがより好ましい。【0014】 本発明のセラミックス質フィルターの主成分としては、特に限定されず、セラミックス質であれ 40はいずれの種類も使用することができるが、コーディエライト、及び/又は炭化ケイ素を主成分とすることが好ましい。コーディエライトとしては、配向、無配向、α結晶質、β結晶質等のいずれでもよい。炭化ケイ素としては、α結晶質、β結晶質等のいずれでもよい。炭化ケイ素としては、α結晶質、β結晶質等のいずれでもよい。

失の低減化及び捕集効率の点から、気孔率が $55\sim75$ %であることが好ましく、 $60\sim70\%$ であることがさらに好ましい。高温使用時における耐熱衝撃性の向上という点で、 $40\sim800$ ℃における熱膨張係数が 1.0×10^{-6} /℃以下であることが好ましく、 0.8×10^{-6} /℃以下であることがさらに好ましい。

【0017】 また、本発明のセラミックス質フィルターは、通常、排ガス流入側端面と排ガス排出側端面に開口する複数の貫通孔を、両端面で互い違いに目封じした構造を有するハニカム型であるが、ハニカム型フィルターの形状について特に制限はなく、例えば、端面の形状が真円又は楕円の円柱、端面の形状が三角、四角等の多角形である角柱、これらの円柱、角柱の側面がくの字に湾曲した形状等いずれでもよい。また、貫通孔の形状についても特に制限はなく、例えば、断面形状が四角、八角等の多角形、真円、楕円等いずれでもよい。フィルターのセル密度としては、排ガスの捕集性能の点から、250セル/in'の範囲がさらに好ましい。

【0018】 本発明のハニカム型セラミックス質フィルターは、次に述べる方法等で製造することができる。まず、フィルターの出発原料としてコーディエライト化原料を用いる場合、このコーディエライト化原料は、コーディエライト結晶の理論組成となるように各成分を配合する為、シリカ(SiO₁)源成分及びカオリン、タルク等のマグネシア(MgO)源成分、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム等のアルミナ(Al₂O₁)源成分等を配合する必要がある。

【0019】 アルミナ(A1,O,)源成分としては、不純物が少ないという点で酸化アルミニウム又は水酸化アルミニウムのいずれか一種又はこれら両方を含有するものが好ましく、中でも水酸化アルミニウムを含有するものが好ましい。

【0020】 また、アルミナ($A1.O_1$)源原料は、コーディエライト化原料中、水酸化アルミニウムは15~45質量%含有させることが好ましく、酸化アルミニウムは $0\sim20$ 質量%含有させることが好ましい。【0021】 マグネシア(MgO)源成分としては、例えば、タルク、マグネサイト等を挙げることができ、中でも、タルクが好ましい。タルクは、コーディエライト化原料中 $37\sim40$ 質量%含有させることが好ましく、タルクの粒径は、熱膨張係数を低くする点から $5\sim40~\mu$ mが好ましく、 $10\sim30~\mu$ mがより好ましい。【0022】 また、本発明に用いるタルク等のマグネシア(MgO)源成分は、不純物としてFe,O. Ca

【0022】 また、本発明に用いるタルク等のマグネシア(MgO)源成分は、不純物としてFe、〇、、CaO、Na、O、K、〇等を含有してもよい。但し、Fe、O、の含有率は、マグネシア(MgO)源成分中、〇.1~2.5質量%とするのが好ましい。この範囲の含有率であれば、熱膨張係数を低くくすることができるとともに、高い気孔率を得ることができる。

 $\{0023\}$ また、CaO、 Na_1O 、 K_2O の含有率は、熱膨張係数を低くするという点から、マグネシア (MgO) 源成分中、これら合計で0.35 質量%以下とすることが好ましい。

 $\{0024\}$ なお、本発明においては、フィルターの 出発原料として<u>炭化ケイ素</u>を主成分とすることもできる。炭化ケイ素を主成分とする場合としては、炭化ケイ素 $\{SiC\}$ を、又は炭化ケイ素 $\{SiC\}$ と金属シリコン $\{Si\}$ を主成分とする場合の双方を含む。

【0025】 本発明のフィルターを製造するに際して 10 は、コーディエライト化原料、及び/又は炭化ケイ素を主成分とする出発原料に、必要に応じて種々の添加剤を配合することができ、添加剤としては、例えば、発泡樹脂、バインダー、媒液への分散を促進するための分散剤、気孔を形成する為の造孔材等を挙げることができる。

【0026】 発泡樹脂としては、例えば、アクリル系マイクロカプセル等を挙げることができ、バインダーとしては、例えば、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシルメチルセルロース、ポリビニルアルコール等を挙げることができる。また、分散剤としては、例えば、エチレングリコール、デキストリン、脂肪酸石鹸、ボリアルコール等を挙げることができる。また、造孔剤としては、例えば、グラファイト、小麦粉、澱粉、フェノール樹脂、ボリメタクリル酸メチル、ボリエチレン、ボリエチレンテレフタレート等を挙げることができる。これら添加剤は、目的に応じて1種単独又は2種以上組み合わせて用いることができる。

【0027】 本発明においては、上記した出発原料を用い、以下に示す製造工程でハニカム型セラミックス質フィルターを製造することができる。

【0028】 まず、上述した出発原料100重量部に対して、バインダー3~5重量部、造孔剤3~40重量部、分散剤0.5~2重量部、水10~40重量部を投入後、混練し、可塑性とする。

【0029】 次いで、可塑性原料の成形は、押出し成形法、射出成形法、プレス成形法、セラミックス原料を円柱状に成形後貫通孔を形成する方法等で行うことができ、中でも、連続成形が容易であるとともに、例えばコ 40 ーディエライト結晶を配向させて低熱膨張性にできる点で押出し成形法で行うことが好ましい。

【0030】 次いで、生成形体の乾燥は、熱風乾燥、マイクロ波乾燥、誘電乾燥、減圧乾燥、真空乾燥、凍結乾燥等で行うことができ、中でも、全体を迅速かつ均一に乾燥することができる点で、熱風乾燥とマイクロ波乾燥又は誘電乾燥とを組み合わせた乾燥工程で行うことが好ましい。

【0031】 最後に、乾燥成形体の焼成は、乾燥成形 m³/mi 体の大きさにもよるが、通常、コーディエライト化原料 50 測定した。

の場合には、大気雰囲気下、 $1410\sim1440$ $\mathbb C$ の温度で、 $3\sim7$ 時間焼成することが好ましい。また、炭化ケイ素を主成分とする原料の場合には、S i $\mathbb C$ の酸化を防止するために N_1 、A r 等の非酸化性雰囲気下で焼成を行う。焼成温度としては、S i $\mathbb C$ を窒化珪素等で結合する場合には、窒化珪素粉末が軟化する温度であり、 $1550\sim2000$ $\mathbb C$ の温度で焼成することが好ましい。再結晶法でS i $\mathbb C$ 包之子同士を結合する場合には、少なくとも 1800 $\mathbb C$ 以上の温度で焼成することが必要である。さらに、 $\mathbb S$ i $\mathbb C$ と $\mathbb S$ i $\mathbb C$ を主成分とする場合には、 $\mathbb N$ 1、 $\mathbb A$ r 等の非酸化性雰囲気下、 $1400\sim1800$ $\mathbb C$ の温度で焼成することが好ましい。なお、乾燥工程と焼成工程を連続して行ってもよい。

[0032]

【実施例】 以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0033】 1. 評価方法

後述する実施例1~13及び比較例1~5で得られたハ 20 ニカム型セラミッグス質フィルターについて以下に示す 方法で評価を行った。

【0034】(1)平均気孔径 マイクロメリティックス社製の水銀圧入式ポロシメータ ーで平均気孔径を測定した。

【0035】(2) 気孔率

コーディエライトの真比重を2.52 g/cm^3 とし、全細孔容積から、気孔率を計算した。SiCon場合は、真比重を3.05 g/cm^3 とした。

【0036】(3)捕集効率

スートジェネレーターにより煤を発生させた排ガスを、サイズ: φ144mm×152mm(長さ)で、表2に示す平均気孔径X、隔壁厚W、気孔率、セル密度、及び熱膨張係数を有するフィルターに、2分間流入して、フィルター通過後の排ガスに含まれる煤を濾紙で捕集し、煤の重量(W1)を測定した。また、同じ時間、煤を発生させた排ガスを、フィルターに流入せずに濾紙で捕集し、煤の重量(W1)を測定した。次いで、得られた各重量(W1)(W2)を以下に示す式に代入して捕集効率を求めた。

10 [0037]

【数1】 (W, -W₁) / (W₂) ×100 【0038】 (4) スート捕集圧損評価

サイズ: φ144mm×152mm(長さ)のハニカム型セラミックス質フィルターを用い、内径φ130mmのリングでハニカムフィルターの前後を押さえ、測定は、実質上内径φ130mmで行った。スートジェネレーターにより、スートを発生させ、ハニカムフィルターに10gスートを捕集させた。その状態で、2.27Nm³/minの空気を流し、フィルター前後の圧力差を測定した。

【0039】(実施例1~12)表1に示す平均粒径、 配合割合で主原料と造孔材を混合して各種のコーディエ ライト化原料を調製した。

【0040】 次いで、これら各種のコーディエライト 化原料100gそれぞれに対して、ヒドロキシプロピル メチルセルロース4g、ラウリン酸カリ石鹸0.5g、 水30gを投入、混練して可塑性とし、この可塑性の原 料を、真空土練機でシリンダー状の坏土を成形し、押出 し成形機に投入してハニカム状に成形した。

乾燥の後、熱風乾燥で絶乾し、所定の寸法に両端面を切 断した。

【0042】 次いで、このハニカム状の乾燥体におけ る貫通孔を、同様の組成のコーディエライト化原料から なるスラリーで、貫通孔が開口する両端面で互い違いに 目封じした。

*【0043】 最後に、1420℃で4時間焼成して実 施例1~12、比較例1~5の、サイズ: φ144mm ×152mm (長さ) のハニカム型セラミックス質フィ ルターを得た。

【0044】(実施例13)表1に示す主原料(SiC とSi)と造孔材を用いて、乾燥、目封じまでは、実施 例1~12と同じ方法で行い、焼成は、400℃まで は、大気圧酸化雰囲気で、400℃以上は、大気圧アル ゴン雰囲気で、最高温度1450℃で1時間焼成して、 [0041] 次いで、得られた各種の成形体を、誘電 10 サイズ: φ144mm×152mm(長さ)のハニカム 型セラミックス質フィルターを得た。

> 【0045】 実施例1~13及び比較例1~5のそれ ぞれの評価結果をまとめて表2に示す。

[0046]

【表1】

特開2002-301323

10

[0047]

* * 【表2】

No.	隔壁厚W	セル密度	気孔率	平均気孔径X	W/X	熟膨張係数	スート捕集圧損	捕集効率
i	(µ m)	(/in²)	(%)	(µm)		(×10 ⁻⁶ /℃)	(KPa)	(%)
実施例1	300	300	59	32	9.4	0.6	9.4	86
実施例2	250	300	59	32	7.8	0.6	8.6	71
実施例3	200	300	59_	32	6.3	0.6	7.3	59
実施例4	200	350	70	24	8.3	0.7	5.2	79
実施例5	150	350	70	24	6.3	0.7	4.9	58
実施例6	150	400	70	24	6.3	0.7	4.2	52
実施例7	100	400	70	24	4.2	0.7	3.5	45
実施例8	300	300	75	45	6.7	1.0	7.6	63
実施例9	300	300	61	61	4.9	1.0	9.3	48
実施例10	350	300	61	61	5.7	1.0	10.3	50
実施例11	200	300	55	45	4.4	0.5	7.9	45
実施例12	100	400	68	32	3.1	0.8	3.7	42
実施例13	300	250	58	31	9.7	4.1	7.3	89
比較例1	250	300	70	24	10.4	0.7	7.1	91
比較例2	200	300	68_	15	13.3	0.8	6.8	94
比較例3	300	300	68	15	20.0	0.8	8.6	96
比較例4	400	300	68	15	26.7	0.6	10.3	97
上較例5	300	200	68	15	20.0	0.6	10.7	95

[0048]

孔径で除した値は、捕集効率と相関があることから、本 発明によれば、隔壁厚を平均気孔径で除した値を制御す ることで、自由に捕集効率を制御できる。また、スート※

※の捕集効率は、灰分の捕集効率と相関があると考えられ [発明の効果] 以上説明したように、隔壁厚を平均気 20 るため、本発明によれば、所定の捕集効率を維持しつ つ、長期間使用しても灰分の蓄積による圧力損失が所定 以上に大きくならないハニカム型セラミックス質フィル ターを提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 末信 宏之

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内

Fターム(参考) 3G090 AA01 AA02 CA00 DA02

4D019 AA01 BA05 CA01 CB04

40058 JA32 JB06 KA30 SA08

4G001 BA22 BB22 BC26 BD05 BE33

BE34

4G030 AA07 AA36 AA37 AA47 BA24 BA32 CA10 GA21 GA24